

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/003922

International filing date: 07 March 2005 (07.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-078168  
Filing date: 18 March 2004 (18.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 31 March 2005 (31.03.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

09.03.2005

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日            2 0 0 4 年   3 月 1 8 日  
Date of Application:

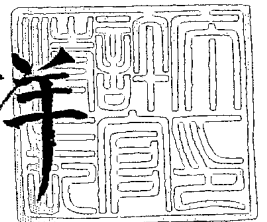
出 願 番 号            特 願 2 0 0 4 - 0 7 8 1 6 8  
Application Number:  
[ST. 10/C]:            [ J P 2 0 0 4 - 0 7 8 1 6 8 ]

出      願      人            信越化学工業株式会社  
Applicant(s):

2 0 0 4 年   9 月 1 6 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川 洋



出証番号   出証特 2 0 0 4 - 3 0 8 3 8 8 8

【書類名】 特許願  
【整理番号】 2003-0474  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 C03B 19/06  
C03B 8/04

【発明者】  
【住所又は居所】 茨城県鹿島郡神栖町大字東和田 1 番地 信越化学工業株式会社  
精密機能材料研究所内  
【氏名】 吉田 真

【発明者】  
【住所又は居所】 茨城県鹿島郡神栖町大字東和田 1 番地 信越化学工業株式会社  
鹿島工場内  
【氏名】 神尾 剛

【発明者】  
【住所又は居所】 茨城県鹿島郡神栖町大字東和田 1 番地 信越化学工業株式会社  
鹿島工場内  
【氏名】 小出 弘行

【特許出願人】  
【識別番号】 000002060  
【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代理人】  
【識別番号】 100093735  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 荒井 鐘司  
【電話番号】 03-3270-0858

【選任した代理人】  
【識別番号】 100105429  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 河野 尚孝

【選任した代理人】  
【識別番号】 100108143  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 嶋崎 英一郎

【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 172293  
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】  
【物件名】 特許請求の範囲 1  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1  
【包括委任状番号】 0006623

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

棒状の多孔質ガラス母材を吊り下げ、加熱炉内を通過させることにより焼結する多孔質ガラス母材の焼結方法において、該多孔質ガラス母材を焼結温度に昇温された加熱炉内に引下げ、多孔質ガラス母材の各部位を、加熱炉体の断熱材上端からヒーター上端に至る予熱領域を 4.5 hr 以上かけて通過させた後、ヒーターで焼結し透明ガラス化することを特徴とする多孔質ガラス母材の焼結方法。

**【請求項 2】**

棒状の多孔質ガラス母材を吊り下げ、加熱炉内を通過させることにより焼結する多孔質ガラス母材の焼結装置において、加熱炉内に引下げられた多孔質ガラス母材の各部位が、加熱炉体の断熱材上端からヒーター上端に至る予熱領域を 4.5 hr 以上かけて通過するように、断熱材の長さが設定されていることを特徴とする多孔質ガラス母材の焼結装置。

## 【書類名】明細書

【発明の名称】多孔質ガラス母材の焼結方法及び焼結装置

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、光ファイバの原材となる多孔質ガラス母材を焼結して脱水及び透明ガラス化する多孔質ガラス母材の焼結方法及び焼結装置に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

光ファイバの原材である多孔質ガラス母材は、気相軸付け法(VAD法)や外付け蒸着法(OVD法)によりガラス微粒子を堆積させることにより形成され、その後、脱水反応用ガス及び不活性ガスの流入されている炉心管内に挿入され、加熱領域を通過させることによって焼結され、脱水及び透明ガラス化処理がなされる。このようにして、コアとクラッドからなる光ファイバ用ガラス母材が製造される。さらに、光ファイバ化に際して、線引きに適した径に延伸し縮径して光ファイバ用プリフォームとした後、線引機にかけられ、光ファイバとされる。

## 【0003】

従来、多孔質ガラス母材の焼結に際して、脱水及び透明ガラス化処理に必要な熱エネルギーは、脱水反応用ガス及び不活性ガスの流量、加熱領域の通過速度、さらに加熱領域の加熱源温度等を多孔質ガラス母材に溶け残り部分が生じないように、かつガラス母材が伸びない範囲で設定され、多孔質ガラス母材に供給されていた。

## 【0004】

このとき、供給する熱エネルギー量が不十分であると、棒状の多孔質ガラス母材の表層部と内部との温度差が大きい状態で熔融ガラス化が始まり、径方向断面積内において同心円状にガラス化が進行せず、ガラス化された部位とガラス化されていない部位とが、径方向に中心軸に対して非対称に混在するようになる。このガラス化されていない部位が遅れてガラス化され収縮する際には、すでにガラス化されて低粘度となっている付近のガラスを引き込んで不均一に収縮する結果、コアがガラス母材の軸中心からずれ偏芯を生じる。

## 【0005】

僅かでも偏芯すると、この偏芯のために熱エネルギーの供給がますます不均一となり、外周の楕円化が誘発される。このように、いったん偏芯や楕円化が生じると、さらに表面から内部への熱エネルギーの供給が径方向に不均一となり、不均一な収縮が連続して発生する状態で焼結が進行するため、プリフォーム全体が偏芯したり、楕円化してしまっていた。

## 【0006】

このようなプリフォームを線引きして得られる光ファイバは、偏芯したり、楕円化している。このため、光ファイバ同士を端面で接着あるいは融着して接続すると、コアやクラッドの接合面での形状の相違、コアの軸芯のずれ、コア径の相違のために、接続損失を生じる。

## 【0007】

光ファイバ用ガラス母材の偏芯や楕円化を低減する方法として、特許文献1で提案されている方法は、多孔質ガラス母材の焼結前半部での引下速度を焼結後半部よりも遅くする方法である。しかしながら、この方法では、ガラス母材の長手方向全体にわたって、安定して偏芯と楕円を低減することは困難である。

【特許文献1】特開2000-256020号公報

## 【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

## 【0008】

本発明は、上記課題を解決するためになされたものであり、多孔質ガラス母材を焼結して脱水及び透明ガラス化処理する際、コアの偏芯や母材外周の楕円化を起こさずに焼結する多孔質ガラス母材の焼結方法及び焼結装置を提供することを目的とする。

**【課題を解決するための手段】****【0009】**

本発明の多孔質ガラス母材の焼結方法は、棒状の多孔質ガラス母材を吊り下げ、加熱炉内を通過させることにより焼結する多孔質ガラス母材の焼結方法において、該多孔質ガラス母材を焼結温度に昇温された加熱炉内に引下げ、多孔質ガラス母材の各部位を、加熱炉体の断熱材上端からヒーター上端に至る予熱領域を4.5hr以上かけて通過させた後、ヒーターで焼結し透明ガラス化することを特徴としている。

**【0010】**

また、本発明の多孔質ガラス母材の焼結装置は、棒状の多孔質ガラス母材を吊り下げ、加熱炉内を通過させることにより焼結する多孔質ガラス母材の焼結装置において、加熱炉内に引下げられた多孔質ガラス母材の各部位が、加熱炉体の断熱材上端からヒーター上端に至る予熱領域を4.5hr以上かけて通過するように、断熱材の長さが設定されていることを特徴としている。

**【発明の効果】****【0011】**

本発明の多孔質ガラス母材の焼結方法によれば、コアの偏芯や母材外周の楕円化が抑制された高品質な光ファイバ用プリフォームが得られ、これを線引きすることにより、接続損失の少ない高品質の光ファイバを製造することができる。

**【発明を実施するための最良の形態】****【0012】**

本発明は、上記課題を解決したものであり、すなわち、棒状の多孔質ガラス母材を焼結温度に昇温された加熱炉内を通過させて焼結し、透明ガラス化する際、多孔質ガラス母材の各部位が加熱炉体の断熱材上端からヒーター上端に至る予熱領域を4.5hr以上かけて通過させた後、ヒーターで熔融ガラス化することを特徴としている。

**【0013】**

本発明においては、上記予熱領域を4.5hr以上かけて通過させることにより、ヒーターの加熱領域で外側のガラス化が始まるときには、多孔質ガラス母材は、十分に中心部まで予熱されている状態、つまり、径方向断面積内での温度差が小さく、径方向で均一な温度分布になっている。このため、ガラス化収縮時の偏肉量が少なくなり、偏芯や外周の楕円化を伴わず、均質に熔融ガラス化が行われる。

**【0014】**

予熱領域の通過時間が4.5hr未満では、中心まで十分に予熱されない状態で、つまり、径方向断面積内での温度差が大きく、不均一な温度分布状態で外周部のガラス化が始まってしまうため、熔融ガラス化に伴う収縮時の偏肉量が多くなり、コアの偏芯や外周の楕円化が発生する。

**【0015】**

なお、予熱領域を4.5hr以上かけて通過させるために、多孔質ガラス母材の引下速度を調整してもよく、あるいは断熱材の長さを調整してもよい。断熱材の長さを調整する場合、加熱炉体の上部全体を断熱材で覆ってもよく、この場合、生産性を犠牲にすることなく、コアの偏芯や外周の楕円化を起こさずに熔融ガラス化することができる。

**【0016】**

このように、本発明の多孔質ガラス母材の焼結方法によれば、コアの偏心や外周の楕円化の極めて抑制された高品質の光ファイバプリフォームが得られ、これを線引きすることで接続損失の極めて小さな光ファイバが得られる。

**【実施例】****【0017】****(実施例1)**

本発明の焼結方法について、以下の実施例に基づき図面を用いてさらに詳細に説明する。

図1に焼結装置の一例を示した。炉芯管1内には棒状の多孔質ガラス母材2が、引下

げ速度を制御する速度制御装置 3 に接続された把持駆動機構 4 を介して吊り下げられ、ヒーター 5 と断熱材 6 からなる加熱炉が炉芯管 1 と同軸に配設されている。なお、符号 7 は、塩素ガスなどの脱水反应用ガスやヘリウムなどの不活性ガスを供給するガス導入管であり、図示を省略した供給源に接続されている。符号 8 は、排気管である。

#### 【0018】

多孔質ガラス母材の焼結は、以下のようにして実施される。

棒状の多孔質ガラス母材 2 は、外付け蒸着法によりガラス微粒子を堆積させたものを用いた。塩素ガスとヘリウムガスをガス導入管 7 から供給した。塩素ガスとヘリウムガスは混合されて、炉芯管 1 内に導入され、炉芯管 1 内に充満する。ヒーター 5 により加熱領域が加熱される。

#### 【0019】

多孔質ガラス母材 2 は、速度制御装置 3 で引下速度が制御され、把持駆動機構 4 により軸回転しながら、低速で降下してヒーターの加熱領域を通過する。これにより多孔質ガラス母材 2 は、焼結され、脱水及び透明ガラス化処理が施される。

#### 【0020】

上記に従って、5 本の多孔質ガラス母材を以下の 5 条件で焼結した。

5 本の多孔質ガラス母材は、いずれも外径 250 mm で、質量 80 kg のものを用い、焼結時の多孔質ガラス母材の引下速度をそれぞれ 1.68, 1.58, 1.48, 1.28, 1.08 mm/min とした。ヒーター 5 の温度は、多孔質ガラス母材に熔け残りが発生せず、伸びない温度である 1500℃ に設定した。

#### 【0021】

焼結されたプリフォームの偏芯と楕円率の評価は、次のようにして行った。

偏芯の程度を示す指標としては、コアの軸芯とプリフォームの中心軸とのずれ量をプリフォームの直径で除した値を偏芯率とした。楕円化の程度を示す指標は、プリフォームの長径と短径との差をプリフォームの直径で除した値を楕円率とした。このように定義した偏芯と楕円率を、プリフォームの有効部を 10 mm 間隔で測定し、その最大値を示した。なお、加熱炉の断熱材上端からヒーター上端に至る予熱領域の長さを A (mm) とし、引下速度から予熱領域を通過する時間を求めた。

#### 【0022】

以上、5 本の多孔質ガラス母材について得られた結果を、以下の表 1 にまとめて示した。

表 1 から明らかなように、予熱領域の通過時間を 4.5 hr 以上にすると、偏芯率、楕円率ともに 0.1 % 以下に改善された。

#### 【0023】

【表 1】

| A    | mm     | 400  | 400  | 400  | 400  | 400  |
|------|--------|------|------|------|------|------|
| 引下速度 | mm/min | 1.68 | 1.58 | 1.48 | 1.38 | 1.28 |
| 通過時間 | hr     | 4.0  | 4.2  | 4.5  | 4.8  | 5.2  |
| 偏芯率  | %      | 0.52 | 0.35 | 0.09 | 0.08 | 0.07 |
| 楕円率  | %      | 0.50 | 0.31 | 0.08 | 0.08 | 0.06 |

#### 【0024】

(実施例 2)

実施例 1 において、引下速度を 1.65 mm/min に固定し、加熱炉の断熱材の長さ (予熱領域に相当) を 400, 420, 450, 500, 600 mm と変化させた以外は、実施例 1 と同様にして 5 本の多孔質ガラス母材を焼結した。その結果を以下の表 2 に示した。

表 2 から明らかなように、予熱領域の通過時間を 4.5 hr 以上にすると、偏芯率、楕円率ともに 0.1 % 以下に改善された。さらに通過時間を 6.0 hr にすることによって 0.05 % 以下に改善された。

【0025】

【表2】

| A    | mm     | 400  | 420  | 450  | 500  | 600  |
|------|--------|------|------|------|------|------|
| 引下速度 | mm/min | 1.68 | 1.68 | 1.68 | 1.68 | 1.68 |
| 通過時間 | hr     | 4.0  | 4.2  | 4.5  | 5.0  | 6.0  |
| 偏芯率  | %      | 0.52 | 0.29 | 0.08 | 0.06 | 0.02 |
| 楕円率  | %      | 0.50 | 0.25 | 0.07 | 0.05 | 0.01 |

【産業上の利用可能性】

【0026】

本発明によれば、極めて偏芯率及び楕円率の小さい光ファイバ用プリフォームが得られ、これを線引きすることで接続損失の小さい光ファイバを提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0027】

【図1】多孔質ガラス母材の焼結装置の一例を示す概略縦断面図である。

【図2】実施例1における多孔質ガラス母材の予熱領域の通過時間と偏芯率・楕円率との関係を示すグラフである。

【図3】実施例2における多孔質ガラス母材の予熱領域の通過時間と偏芯率・楕円率との関係を示すグラフである。

【符号の説明】

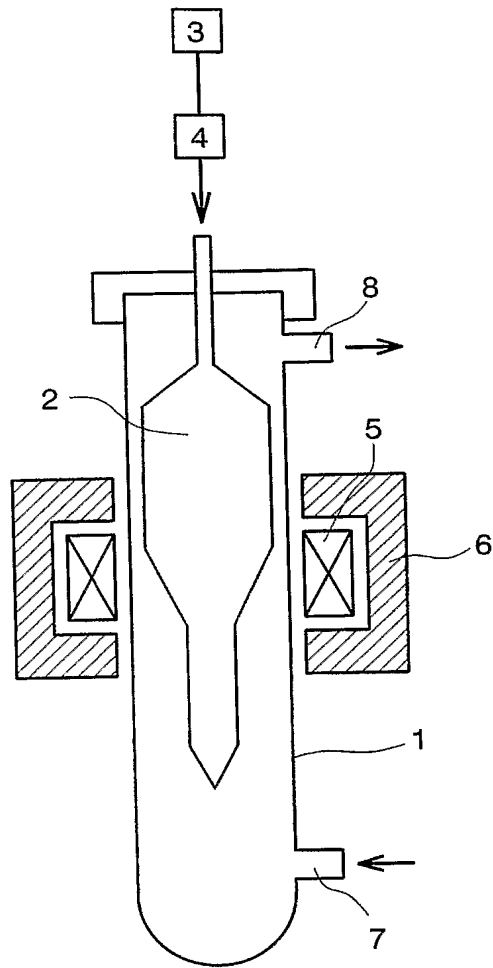
【0028】

- 1 ……炉芯管、
- 2 ……多孔質ガラス母材、
- 3 ……速度制御装置、
- 4 ……把持駆動機構、
- 5 ……ヒーター、
- 6 ……断熱材、
- 7 ……ガス導入管、
- 8 ……排気管。

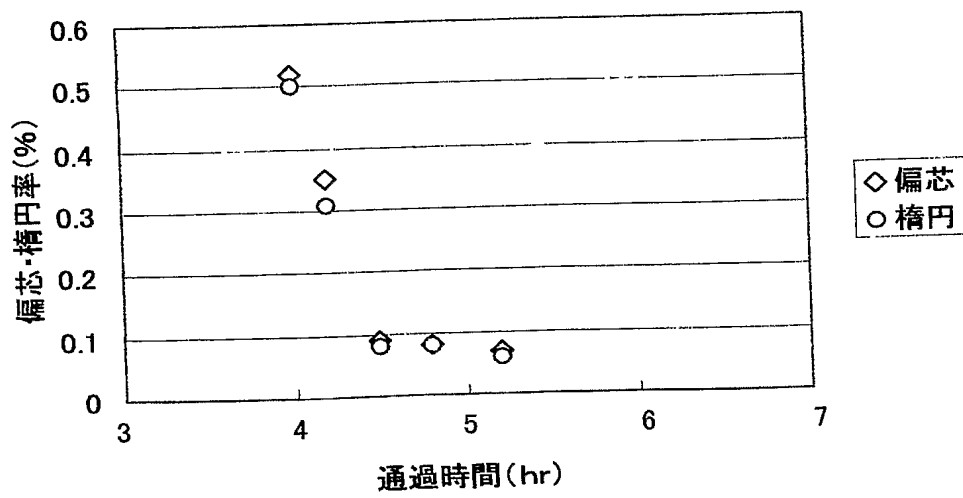


【書類名】 図面

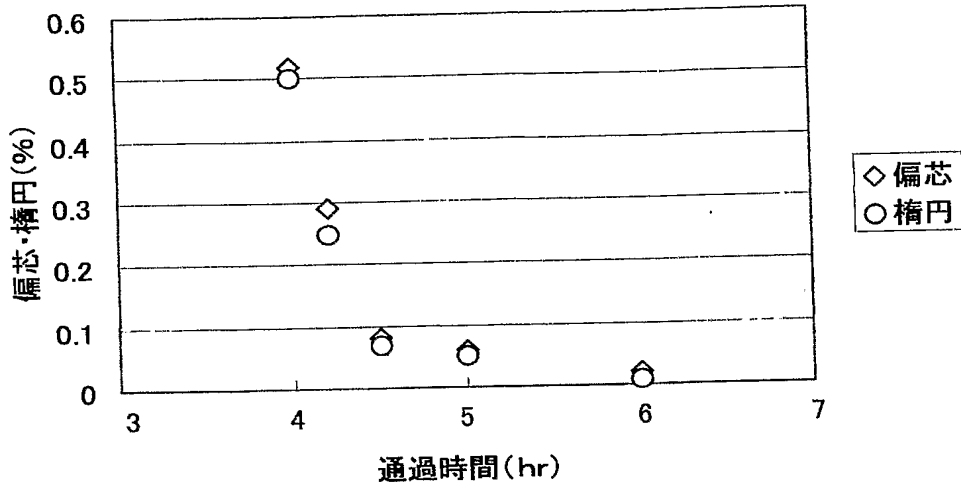
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 多孔質ガラス母材を焼結して脱水及び透明ガラス化处理する際、コアの偏芯や母材外周の楕円化を起こさないで焼結する多孔質ガラス母材の焼結方法及び焼結装置を提供する。

【解決手段】 棒状の多孔質ガラス母材を吊り下げ、加熱炉内を通過させることにより焼結する多孔質ガラス母材の焼結方法において、該多孔質ガラス母材を焼結温度に昇温された加熱炉内に引下げ、多孔質ガラス母材の各部位を、加熱炉体の断熱材上端からヒーター上端に至る予熱領域を 4.5 hr 以上かけて通過させた後、ヒーターで焼結し透明ガラス化することを特徴としている。

【選択図】 なし

認定・付加情報

|         |                |
|---------|----------------|
| 特許出願の番号 | 特願 2004-078168 |
| 受付番号    | 50400448878    |
| 書類名     | 特許願            |
| 担当官     | 第五担当上席 0094    |
| 作成日     | 平成16年 3月19日    |

<認定情報・付加情報>

|       |             |
|-------|-------------|
| 【提出日】 | 平成16年 3月18日 |
|-------|-------------|

特願 2 0 0 4 - 0 7 8 1 6 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 2 0 6 0 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 2 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号

氏 名

信越化学工業株式会社